

PRODUCTION OF POLYETHYLENE FIBER

Publication number: JP3137215
Publication date: 1991-06-11
Inventor: NISHIKAWA YUTAKA; NAKADA HIDEO
Applicant: TORAY INDUSTRIES
Classification:
- International: D01F6/04; D01F6/04; (IPC1-7): D01F6/04
- european:
Application number: JP19890274217 19891020
Priority number(s): JP19890274217 19891020

Report a data error here

Abstract of JP3137215

PURPOSE: To obtain the subject fiber on an industrial scale at a low cost by introducing a polyethylene solution from a spinning nozzle through an inert gas layer into a spinning bath while controlling the traveling distance of the fiber in said gas layer and a spinning draft to satisfy a specific condition. **CONSTITUTION:** A polyethylene having a weight-average molecular weight of $\geq 700,000$ (preferably $\geq 1,500,000$) is dissolved in a solvent such as decalin at a temperature selected to give a viscosity of 1,000-10,000 poise and the polyethylene solution is extruded from a spinning nozzle through an inert gas layer (air or nitrogen gas layer) into a spinning bath. In the above process, the fiber is transferred under a condition to satisfy the formulas I, II and III [L is traveling distance (cm) of the fiber-formed solution through the inert gas layer; D is spinning draft]. The fiber introduced into the bath is cooled, extracted, taken up with a take-up roller, dried and hot-drawn to obtain the objective high tenacity fiber.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-137215

⑤ Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)6月11日

D 01 F 6/04

A

7199-4L

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 ポリエチレン繊維の製造方法

⑯ 特 願 平1-274217

⑰ 出 願 平1(1989)10月20日

⑱ 発 明 者 西 河 裕 愛知県岡崎市矢作町字出口1番地 東レ株式会社岡崎工場内

⑲ 発 明 者 仲 田 秀 夫 愛知県岡崎市矢作町字出口1番地 東レ株式会社岡崎工場内

⑳ 出 願 人 東 レ 株 式 会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

明細書

1. 発明の名称

ポリエチレン繊維の製造方法

2. 特許請求の範囲

ポリエチレン繊維の製造方法において、重量平均分子量が70万以上のポリエチレン溶液を紡糸口金から吐出した糸条を不活性気体層を経て液体紡糸浴に導入し、該糸条を冷却および抽出を行ない引取りローラで引取った後乾燥し、引続いて熱延伸するものであって、かつ前記ポリエチレン溶液が通過する不活性気体層の距離(L cm)と紡糸ドラフト(D)が、

$$D/L \geq 0.4$$

$$D \leq 12$$

$$L \geq 1$$

を満たすことを特徴とするポリエチレン繊維の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明はポリエチレン繊維の製造方法に関する

ものであり、さらに詳しくは、産業用繊維素材として使用できる高強度のポリエチレン繊維を工業的規模で極めて安定に製造することを目的としたポリエチレン繊維の製造方法に関するものである。

[従来の技術]

高分子量ポリエチレンの溶液を紡糸し、得られた未延伸糸条を高倍率に延伸することにより高強度ポリエチレン繊維が得られることが知られている。例えば、特開昭55-10756号公報、特開昭56-15408号公報、特開昭59-216912~216914号公報、特開昭58-5228号公報、特開昭59-130314号公報に上記の方法が開示されている。

[発明が解決しようとする課題]

前記高強度ポリエチレン繊維の製造技術を工業的規模で利用するためには製糸の安定性、すなわち長時間糸切れせず均一な糸が得られることが必要である。しかしながら前記の特開昭55-10756号公報、特開昭56-1540

8号公報、特開昭59-216912~216914号公報、特開昭58-5228号公報、特開昭59-130314号公報に記載された従来技術では製糸工程における糸の安定性が不十分であった。すなわち、特に高強度を得るために10倍以上の高倍率に延伸する場合、延伸張力が極めて大きくなる。したがって、糸のわずかな斑や傷などで糸切れが起こり、長時間安定して延伸することができないという課題を有していた。

本発明は、高分子量のポリエチレン溶液から極めて安定して高強度ポリエチレン繊維を得る方法を提供することにある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、ポリエチレン繊維の製造方法において、重量平均分子量が70万以上のポリエチレン溶液を紡糸口金から吐出した糸条を不活性気体層を経て液体紡糸浴に導入し、該糸条を冷却および抽出を行ない引取りローラで引取った後乾燥し、引続いて熱延伸するものであって、

— 3 —

万以上、さらに好ましくは200万以上とする必要がある。

一般に分子量が高いほど繊維内部に分子鎖末端等の欠陥部が少なくなり、強度が高くなるが、産業用繊維素材としてなら問題なく使用できるポリエチレン繊維を得るためには重量平均分子量が70万以上のポリエチレンを用いる必要がある。

本発明のポリエチレン溶液を形成するために使用する溶剤としては、脂肪族炭化水素、脂環式炭化水素、芳香族炭化水素、ハロゲン化炭化水素およびこれらの混合物が挙げられるがこれらに限定されるものではない。通常ポリエチレンはこれらの溶剤をもってしても60℃以下では溶解せず、100℃以上に加熱することが多いため低沸点の溶剤は好ましくない。好適な溶剤としてはデカリン、キシレン、テトラリン、ノナン、デカン、n-パラフィン、灯油、石油系溶剤、パラフィンオイルおよびこれら2種以上の混合物などが挙げられる。また、バ

— 5 —

かつ前記ポリエチレン溶液が通過する不活性気体層の距離(L cm)と紡糸ドラフト(D)が、

$$D/L \geq 0.4$$

$$D \leq 12$$

$$L \geq 1$$

を満たすことを特徴とするポリエチレン繊維の製造方法に関するものである。

本発明で用いるポリエチレンは本発明の効果を損なわない範囲内で少量の例えば10モル%以下のプロピレン、ブチレン、ペンテン、ヘキセン、4-メチルペンテンなどの他のアルケンあるいはエチレンと共重合しうるビニルモノマー等の1種あるいは2種以上が共重合されたもの、あるいは少量のポリプロピレン、ポリブテン-1等のポリオレフィンをポリエチレンと混合したものであってもよい。また、耐光、耐熱、難燃、制電、染色性などを向上させる目的で改質剤を20重量%以下添加したものでもよい。

本発明で使用するポリエチレンの分子量は重量平均分子量で70万以上、好ましくは150

— 4 —

ラフィンワックスおよびナフタリンなどの常温で固体のものも使用し得る。

これら好適な溶剤のうちでも常温で液体の溶剤が抽出剤で抽出されやすいのでさらに好ましい。

本発明における紡糸温度には特に限定はなく紡糸時の吐出安定性、曳糸性などの面から適切な溶液粘度(1000~10000 poise、好ましくは2000~8000 poise)となるように温度が選択される。この温度は溶剤の種類やポリエチレンの分子量、ポリエチレンの濃度によって異なるが、通常120~250℃の範囲が適切である。

本発明の方法を実施するに際しては、まずポリエチレン溶液を紡糸ノズルから不活性気体層を通して紡糸浴中に押出す。ここでいう不活性気体とはノズルから押出されたポリエチレンの繊維状溶液を凝固させたり、該繊維状溶液と化学反応を生じさせたりしない常温で気体の物質を意味し、空気あるいは窒素が適当である。

— 6 —

ここで、繊維状溶液が上記不活性気体層中を通過する距離 L (cm) と紡糸ドラフト (D) が、

$$D/L \geq 0.4$$

$$D \leq 12$$

$$L \geq 1$$

を満たす必要がある。なお、ここでいう紡糸ドラフトとは口金吐出線速度と紡糸引取り速度の比 (紡糸引取り速度/口金吐出線速度) を意味する。

D/L が 0.4 未満であると紡糸張力が低くなり、ノズルから押し出された繊維状溶液の安定走行が難しくなる。すなわち、糸ゆれが大きくなり紡糸での糸切れが頻繁になったり、繊維斑が生じて後の延伸工程での製糸安定性が著しく悪くなったりする。また、 D が 12 を越えると紡糸張力が高くなりすぎて糸切れが生じやすく、安定した紡糸を行なうことが出来ない。また、 L が 1 cm 未満であると紡糸浴の液面変動によりノズルに紡糸浴の液面が接しノズルが冷

却されるため、糸切れを生じることがある。

本発明における紡糸浴とは一般に用いられる冷却浴、凝固浴などを意味するが、特開昭 61-113813 に記載された上層が溶剤と非相溶性の冷却剤、下層が該冷却液よりも高比重で溶剤と相溶性でかつ該冷却剤と非相溶性である凝固剤からなる 2 層構造の浴を用いてもよい。紡糸浴が冷却浴の場合がいわゆるゲル紡糸であり、凝固浴を用いた場合がいわゆる乾湿式紡糸である。高い強度のポリエチレン繊維を得やすいことから特開昭 61-113813 に記載の方法を用いるのが好ましい。

次に、紡糸浴を通した糸条を引続き抽出剤中に導き、糸条中の溶剤を抽出除去した後、乾燥して乾燥糸条となす。糸条中に溶剤や抽出剤が残っていると延伸倍率が低くなり高強度のポリエチレン繊維が得られなかったり、製糸性が悪くなったりすることがある。

上記の乾燥糸条を熱延伸し高強度のポリエチレン繊維とするが、熱延伸における延伸倍率は、

- 7 -

産業用繊維素材として十分使用できる強度を得るため 10 倍以上とすることが好ましく、20 倍以上とするのがさらに好ましい。

〔実施例〕

次に実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、以下に示されるポリエチレン繊維の強度および初期弾性率は次の条件で測定した。

測定雰囲気：20℃、相対湿度 65%

測定機器：東洋ボールドウィン社製

テンシロン UTM-4 引張試験機

試料：単糸 250 mm

引張速度：300 mm/分

初期弾性率：強伸度曲線の原点における傾きから求めた。

(実施例 1～3、比較例 1)

重量平均分子量が 300 万の直鎖状高密度ポリエチレンを灯油に 190℃の温度で溶解し、7.0 重量% 溶液を調整した。この溶液を 180℃で孔径 1 mm、孔数 10 のノズルから吐出

量 30 cc/分で押し出し、第 1 表に記載の距離 (L) の空気層を通過させた後、上層が水 (深さ 10 cm)、下層が三塩化三フッ化エタンで構成された 10℃の 2 層構造の紡糸浴で冷却後、凝固させ 15 m/分の速度で引取り凝固糸条を得た。引続き連続して 5℃の三塩化三フッ化エタンからなる抽出浴を通し、糸条中に残存する灯油を抽出した、後乾燥して未延伸糸を得た。得られた未延伸糸は 135℃の熱板を用いて熱延伸した。結果を第 1 表に示す。

表からわかるように D/L が 0.4 以上を満足する場合のみ製糸性が良好で高強度の延伸糸が得られる。また、 D/L が 0.4 未満の比較例 1 では未延伸糸は繊維斑があり、10 倍を超える延伸は出来なかった。そして 10 倍延伸糸の強度は 12 g/d と低かった。

(以下余白)

第1表

	L (cm)	D/L	製糸性	最大延伸倍率	延伸糸強度 (g/d)
実施例1	1.3	3.0	良好	54	56
実施例2	3.3	1.2	良好	58	52
実施例3	8.0	0.65	良好	50	48
比較例1	12.0	0.33	不良	10	18

(以下余白)

(実施例4、5、比較例2)

吐出溶液が通過する空気層の距離を10cm、紡糸引取り速度を第2表のように変化させた以外は実施例1～3と同じ方法で紡糸および延伸を行った。結果を第2表に示すが、D/Lが0.4未満の比較例2では、吐出糸条の走行が不安定なため、糸がふらつき、紡糸浴に入るまでに単糸どうしがぶつかって糸切れを起こしてしまう。

(以下余白)

— 11 —

第2表

	紡速 (m/分)	D/L	製糸性	最大延伸倍率	延伸糸強度 (g/d)
実施例4	20	0.52	良好	45	50
実施例5	30	0.78	良好	32	48
比較例2	10	0.263	不良	10	18

(以下余白)

— 12 —

〔本発明の効果〕

以上説明したように本発明の方法によれば、紡糸ドラフトと口金—紡糸浴間距離の関係が適切になるので、口金から押し出された溶液が紡糸浴へ入るまでの不活性気体層でふらつくことがない。そのため紡糸の安定性がよく、長時間糸切れすることなく紡糸を続けることができる。また、未延伸糸の長さ方向の繊維の斑も抑えられるため、高倍率の延伸でも製糸性がよく、高強度のポリエチレン繊維が長時間安定して製糸できる。

特許出願人 東レ株式会社

— 13 —

— 14 —